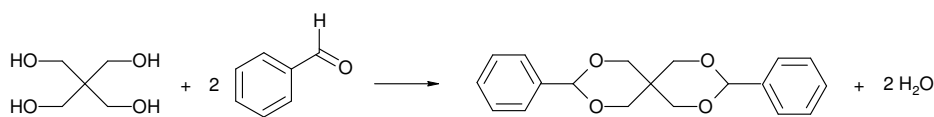


8.3.3. 3,9-Diphenyl-2,4,8,10-tetraoxaspiro(5.5)undecan

Reaktion:



Ansatz: 1,0 g Pentaerythrit
5 mL Eisessig
1,5 mL Benzaldehyd
2 mL 0,1 M 4-Toluolsulfonsäure-Monohydrat
Na₂CO₃

Vorschrift: In einem 50-mL-Rundkolben mit Magnetrührer und Rückflußkühler werden unter Rühren Pentaerythrit und Eisessig bis zur vollständigen Lösung erhitzt - auf ca. 110 °C. Danach wird der Rückflußkühler kurzfristig entfernt und eine Lösung aus 1,5 mL Benzaldehyd und 2 mL 0,1 M p-Toluolsulfonsäure in Essigsäure zugegeben. Nachdem die Reaktionsmischung dann für genau 60 Sekunden zum Rückfluß erhitzt wurde, wird der Rundkolben schnell in einem Eiswasserbad abgekühlt. Dabei beginnt das Produkt auszukristallisieren und schon nach wenigen Minuten ist die Kristallisation vollständig, jedoch höchstens nach 10 Minuten. Es wird saugfiltriert und das Produkt zunächst mit wenig Essigsäure, dann dreimal mit jeweils 5 mL 0,1 M Na₂CO₃-Lösung und danach mit Wasser gewaschen. Anschließend wird das Produkt getrocknet.

Literatur: T. J. Clark, *J. Chem. Educ.* **1995**, 72 (4), 375-377

Produkt: 3,9-Diphenyl-2,4,8,10-tetraoxaspiro(5.5)undecan: Schmp.: 159 °C

Ausbeute:

Mechanismus: Carbonylreaktionen - Umsetzung eines Aldehyds mit einem Alkohol

Bemerkungen: Unbedingt die kurze Reaktionszeit einhalten, da eine Verlängerung zu geringeren Ausbeuten führt.

Gefährdung: Benzaldehyd ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Eisessig wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. p-Toluolsulfonsäure-Monohydrat wirkt reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden.

Entsorgung: Die Reaktionslösung ist vor der Entsorgung zu neutralisieren, danach in den Sammelbehälter für halogenfreie Lösungsmittel. Die Kristallisationslauge und das Waschwasser in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral).

Zeitaufwand: Apparaturaufbau: 1,0 h; Reaktionsdauer: 1,0 h; Aufarbeitung: 1,5 h.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
3,9-Diphenyl-2,4,8,10-tetraoxaspiro(5.5)undecan						
Pentaerythrit	136,15	256-258	276			
Essigsäure	60,05	10	118	C	H226, H314	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P370+P378, P403+P235, P405, P501
Benzaldehyd	106,13	-56	179	Xn	H302	P264, P301+P312, P330, P501
4-Toluolsulfonsäure-Monohydrat					H315, H319, H335	P261, P264, P280, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P312, P321, P332+P313, P337+P313, P362, P403+P233, P405, P501
Natriumcarbonat	165,99	854	1600	Xi	H319	P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313

2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

Substanz	Schutzmaßnahmen allgemein	Schutzmaßnahmen Körper	Anweisungen zur ersten Hilfe Haut	Anweisungen zur ersten Hilfe Augen	Anweisungen zur ersten Hilfe Inhalation	Anweisungen zur ersten Hilfe Verschlucken	Störverhalten bei kleinen Unfällen
3,9-Diphenyl-2,4,8,10-tetraoxaspiro(5.5)undecan							
Pentaerythrit	ADL	BK	WK	W	L	WEA	WCSchP
Essigsäure	ADL	BK	WK	WA	LA	WA	WCSchP
Benzaldehyd	ADLK	BK	W	W	L	WEA	PSchFeuerlöscher P u. K
4-Toluolsulfonsäure-Monohydrat							
Natriumcarbonat	DT	BK	WK	WA	L	WEA	